

บทความวิจัย

การศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของสาร Nd123 ที่ได้จาก การเตรียมด้วยกระบวนการหลอม

มณฑา เอี่ยมสมบูรณ์* ณิชานันท์ ธรรมเนตร สรัญธรส พจน์ธรรม จิตติพงศ์ เครือหงส์
ธัญนพ นิลกำจร เสริมสุข รัตเรง และ พงษ์แก้ว อุดมสมุทรหิรัญ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยครั้งนี้ คณะผู้วิจัยได้ทำการสังเคราะห์สาร Nd123 ด้วยกระบวนการหลอม โดยมี นีโอโดไดเมียมออกไซด์ (Nd_2O_3) แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และ คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) เป็นสารตั้งต้น ทำการเผาด้วยกระบวนการเผาแคลไซน์ (calcination) และการเผาผนึก (sintering) ที่อุณหภูมิสูงสุด 1,136 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารที่เตรียมได้ไปทำการศึกษากับเครื่องมือ XRD, EDS, SEM และ STA พบว่าสาร Nd123 มีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิก $a = 3.8781$ อังสตรอม $b = 3.9226$ อังสตรอม $c = 11.7743$ อังสตรอม อุณหภูมิเพอริเทคติก (Peritectic temperature, T_p) 1,084 องศาเซลเซียส และมีสูตรเคมีเป็น $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ ซึ่งในสารตัวอย่างพบว่าแบ่งออกเป็น 2 เฟส คือ Nd123 และ $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5+x}$

คำสำคัญ: กระบวนการหลอม Nd123 โครงสร้างออร์โธโรมบิก

The Study on Physical Properties of Nd123 Synthesized by Melt Processing

Montar Eamsomboon*, Natnaree Darunnet, Sarunrot Pojtham,
Thitipong Kruaehong, Tunyanop Nilkamjon, Sermsuk Ratreng
and Pongkaew Udomsamuthirun

ABSTRACT

In this research, the Nd123 materials were synthesized by melt processing with Nd_2O_3 , BaCO_3 and CuO as the starting materials. The calcination and sintering with the highest temperature $1,136^\circ\text{C}$ were used in our research. The obtained Nd123 samples were characterized by XRD, EDS, SEM and STA. We found that our samples was orthorhombic structure with $a = 3.878 \text{ \AA}$, $b = 3.9226 \text{ \AA}$, $c = 11.7743 \text{ \AA}$. The peritectic temperature of $1,084^\circ\text{C}$ with the chemical formula as $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$ were fabricated. There were two phases classified as; Nd123 and $\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{5+x}$.

Keywords: melt processing, Nd123, orthorhombic structure

บทนำ

เนื่องจากตัวนำยวดยิ่ง $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ หรือ Y123 เป็นตัวนำยวดยิ่งที่มีอุณหภูมิวิกฤติสูงกว่า 80 เคลวิน ซึ่งได้มีความพยายามหลายประการเพื่อเพิ่มค่าอุณหภูมิวิกฤติ ความทนกระแสไฟฟ้า และสนามแม่เหล็ก และความพยายามหนึ่งก็คือการสังเคราะห์สารกลุ่ม $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.5}$ หรือ Nd123 ซึ่งเป็นสารกลุ่มตัวนำยวดยิ่งที่มีโครงสร้างใกล้เคียงกับสาร Y123 โดยใช้เทคนิคในการสังเคราะห์ที่ไม่แตกต่างกันมากนัก สามารถทำการศึกษาระบวนการเตรียมและการสังเคราะห์สาร Nd123 ได้หลายวิธีจากกลุ่มวิจัยต่างๆ ที่มีการนำเสนออย่างแพร่หลาย ซึ่งเริ่มต้นจากการศึกษางานวิจัยที่มีการนำเสนอถึงวิธีการเตรียมและการสังเคราะห์ตัวนำยวดยิ่ง Y123 ดังต่อไปนี้

โดยในปี 2550 จูตีพงศ์ และคณะ [1] ได้ทำงานวิจัยเรื่องการเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของตัวนำยวดยิ่งกลุ่ม Y-Ba-CuO ด้วยวิธีอันตรกิริยาของของแข็ง (solid state reaction) และศึกษาสมบัติของสภาพนำยวดยิ่งของสารตัวอย่างที่เตรียมได้ เพื่อทำการวัดอุณหภูมิวิกฤติและสนามแม่เหล็กวิกฤติ และสมบัติอื่นๆ ซึ่งวัดด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD) ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์พลังงานกระจาย (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, EDS) และการศึกษาโครงสร้างของสารโดยการให้ลำอิเล็กตรอนผ่านสารตัวอย่าง (Transmission Electron Microscope, TEM) ซึ่งผลการทดลองที่ได้ พบว่าตัวนำยวดยิ่งที่เตรียมได้มีสูตรเคมีเป็น $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.96}$ สารที่เตรียมได้ลักษณะแผ่นกลมสีดำ มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร มีความหนา 5 มิลลิเมตร และมีอุณหภูมิวิกฤติ (critical temperature, T_c) 92 เคลวิน สนามแม่เหล็กวิกฤติ 0.03 เทสลา มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิกเป็นผลึกเดี่ยวขนาด 0.5 ไมโครเมตร

และจากงานวิจัยของธัญนพ นิลกำจร และคณะ [2] ได้ทำการเตรียมสารตัวนำยวดยิ่งกลุ่ม Y-Ba-CuO ด้วยวิธีอันตรกิริยาของของแข็ง เพื่อทำการศึกษการสังเคราะห์ตัวนำยวดยิ่งอุณหภูมิสูง $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ หรือ Y123 โดยกระบวนการหลอม (melt processing) และทำให้ตัวนำยวดยิ่งที่ได้มีสมบัติทางไฟฟ้าและแม่เหล็กที่ดียิ่งขึ้น โดยได้ผสม Y_2BaCuO_5 หรือ Y211 เข้าไปด้วย จากการศึกษาพบว่าในสัดส่วนการผสม Y123 ต่อ Y211 ที่เหมาะสม ตัวนำยวดยิ่งที่ได้จะมีสมบัติทางฟิสิกส์ที่ดีขึ้น โดยพบว่ามีอุณหภูมิวิกฤติประมาณ 91 เคลวิน และมีความทนทานแม่เหล็กดีขึ้นเป็นอย่างมาก

ในการศึกษาการเตรียมและการสังเคราะห์สารกลุ่ม $\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.5}$ หรือ Nd123 ในปี 1995 ทอดท์ และคณะ [3] ได้ศึกษาการเตรียม Y123 ด้วยกระบวนการหลอมเพื่อทำให้ได้สารที่มีแรงลอยตัว (levitation force) เมื่ออยู่ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็กสูงชัน ทั้งนี้ทอดท์และคณะได้ใช้เทคนิคการปลูกผลึก Nd123 บน Y123 และสาร Nd123 ที่เตรียมได้มี 2 ประเภท คือ แบบแผ่นและลูกบาศก์ ซึ่งผลึก Nd123 ที่ใช้ในการศึกษานี้เตรียมได้โดยวิธีการกำหนดปริมาณสารที่ผสมให้เข้ากัน (flux growth method) โดยมีสารประกอบตั้งต้นเป็นนีโอไดเมียมออกไซด์ (Nd_2O_3) แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) และคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ซึ่งในการเผาจะให้ความร้อนที่เหนือกว่าจุดของอุณหภูมิเพอริเทคติก (peritectic temperature, T_p) ของสาร Nd123 หลังจากนั้นก็ทำให้เย็นลงอย่างช้าๆ สารตัวอย่างที่ได้มีลักษณะเป็นของแข็งผลึกแบบโดเมนเดี่ยว

จากนั้นในปี 1997 กราเดอร์ และคณะ [4] ได้ทำการทดลองเตรียมผงบริสุทธิ์ของสาร Nd123 โดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางออกซาเลต (oxalate coprecipitation) โดยใช้สารตั้งต้นเป็นนีโอโดเมียม อะซิเตท ไฮเดรต (neodymium acetate hydrate) แบเรียม อะซิเตท (barium acetate) คอปเปอร์ โมโนไฮเดรต อะซิเตท (copper monohydrate acetate) ออกซาลิก แอซิด ไดไฮเดรต (oxalic acid dihydrate) น้ำกลั่น (triply distilled water) ไอโซโพรพานอล (isopropanol) และเกลเชียล อาซิติก แอซิด (glacial acetic acid) หลังจากนั้นกราเดอร์และคณะ ทำการศึกษาด้วยเครื่องมือ XRD, TG (Thermo Gravimetric)/DTA (Differential Thermal Analysis) และ SEM/EDS พบว่าสารที่เตรียมได้ที่มีเงื่อนไขการเตรียมที่เหมาะสมจะมีอุณหภูมิวิกฤติประมาณ 99 เคลวิน และมีอุณหภูมิเพอริเทคติกที่ประมาณ 1086 องศาเซลเซียส

ต่อมาในปี 1999 วูและหวาง [5] ได้ทำการวิจัยตัวนำยวดยิ่ง Nd123 พบว่าสารละลายของแข็ง (solid solution) ของพวกไอออนบวกระหว่างนีโอโดเมียม (Nd) และแบเรียม (Ba) มีแนวโน้มทำให้ตัวนำยวดยิ่งมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิวิกฤติลดลง และในกระบวนการที่มีความดันของออกซิเจนต่ำ ทำให้ อุณหภูมิวิกฤติและความหนาแน่นกระแสวิกฤติ (critical current density, J_c) สูงขึ้น

จากการศึกษางานวิจัยสารกลุ่ม Y123 และ Nd123 ตามที่กล่าวมาข้างต้นของกลุ่มนักวิจัย [1, 2] ที่ทำการศึกษากลุ่ม Y123 ด้วยวิธีอันตรกิริยาของของแข็ง และด้วยกระบวนการหลอม แต่ในกลุ่มนักวิจัย [3-5] ทำการศึกษาสารกลุ่ม Nd123 ด้วยวิธีอื่น ซึ่งคณะผู้วิจัยจึงได้ประยุกต์การเตรียมและการสังเคราะห์สารกลุ่ม Nd123 โดยใช้เทคนิคการเตรียมแบบสารกลุ่ม Y123 ดังนั้นในงานวิจัยนี้คณะผู้วิจัยได้ ทำการศึกษากระบวนการเตรียมและการสังเคราะห์สาร Nd123 ด้วยกระบวนการเผาแคลไซน์ (calcination) และการเผาผนึก (sintering) ด้วยกระบวนการหลอม แล้วนำสาร Nd123 ที่เตรียมได้จากกระบวนการดังกล่าวไปทำการศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของสาร Nd123 ด้วยเครื่องมือ XRD, EDS, SEM และ STA (Simultaneous Thermal Analyzer)

วิธีการทดลอง

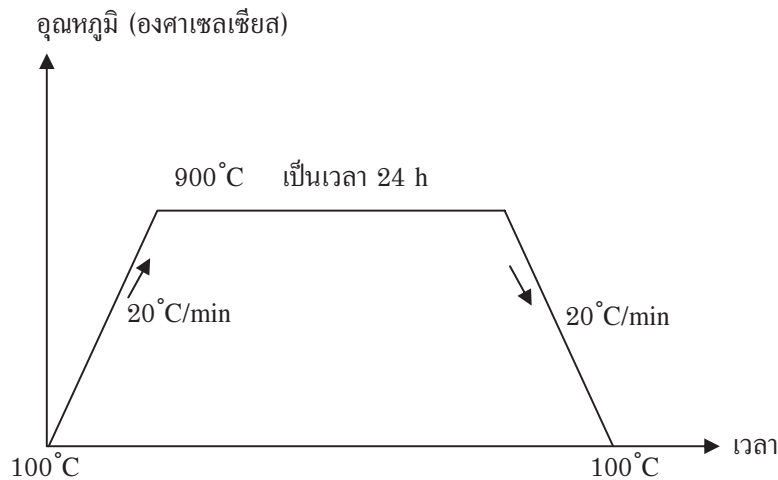
คณะผู้วิจัยได้เตรียมสาร Nd123 ซึ่งมีสารประกอบตั้งต้นเป็นนีโอโดเมียมออกไซด์ (Nd_2O_3) ยี่ห้อ Sigma-Aldrich assay 99.9% แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) ยี่ห้อ Univer assay 99.0-101.0% และ คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ยี่ห้อ Fluka purum 98.0% ซึ่งสารตั้งต้นมีสูตรทางเคมีดังนี้



สามารถคำนวณหาสัดส่วนของมวลเป็นกรัมจากสมการเคมีได้ดังนี้ นีโอโดเมียมออกไซด์ เท่ากับ 16.824 กรัม แบเรียมคาร์บอเนต เท่ากับ 39.467 กรัม คอปเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 23.864 กรัม จากนั้น นำสารทั้งสามมาคลุกให้เข้ากันในครกอลูมินาจนสารเข้ากันดี แล้วนำไปใส่ในถ้วยอลูมินา เพื่อทำการเผาด้วย กระบวนการเผาแคลไซน์ และการเผาผนึกด้วยกระบวนการหลอมในบรรยากาศ ซึ่งมีกระบวนการเผาต่างๆ ดังนี้

1. กระบวนการเผาแคลไซน์

ซึ่งก่อนกระบวนการเผาจะต้องอุ่นเตาเผาให้มีอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสก่อน จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิขึ้นด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาทีจนอุณหภูมิของเตาเผาสูงถึง 900 องศาเซลเซียส แล้วคงที่อุณหภูมิดังกล่าวนี้ไว้ 24 ชั่วโมง เนื่องจากสาร Nd123 ที่ได้จากกระบวนการหลอมมีอุณหภูมิเพอริเทคติก 1,086 องศาเซลเซียส จึงกำหนดอุณหภูมิในการเผาให้ต่ำกว่าและข้อมูลที่ได้จาก DTA/TG [4] จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนอุณหภูมิลดลงมาถึง 100 องศาเซลเซียส อีกครั้งก็เป็นอันเสร็จของกระบวนการเผาครั้งที่ 1 ซึ่งมีกระบวนการดังรูปที่ 1



รูปที่ 1 แสดงกระบวนการเผาครั้งที่ 1 และ 2

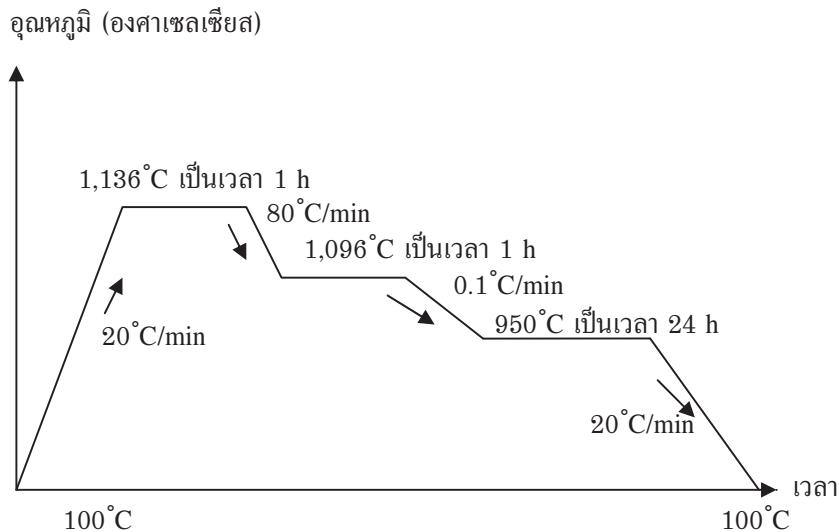
สารที่ได้จากกระบวนการเผาครั้งที่ 1 มีรูพรุนสีดำเกาะตัวกันแน่น จากนั้นนำสารที่ได้จากการเผาครั้งที่ 1 ไปบดด้วยครกอลูมินา จะได้สารเป็นผงละเอียดสีดำเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว นำมาบดด้วยตะแกรงขนาด 45 ไมโครเมตร เพื่อให้ได้สารที่ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกันมากยิ่งขึ้น นำสารมาใส่ถ้วยอลูมินาอีกครั้ง เพื่อนำมาเผาครั้งที่ 2 ซึ่งมีกระบวนการเผาเช่นเดียวกับกระบวนการเผาครั้งที่ 1

เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการเผาครั้งที่ 2 แล้วนำไปบดให้ละเอียดในครกอลูมินา และนำไปบดด้วยตะแกรงขนาด 45 ไมโครเมตรจนเป็นผงละเอียด แล้วนำสารไปอัดด้วยเครื่องอัดด้วยแรงดัน 1,500 ปอนด์/ตารางนิ้ว จนได้สารที่มีลักษณะเป็นแผ่นกลมสีดำ เส้นผ่านศูนย์กลาง 30 มิลลิเมตรหนา 4.6 มิลลิเมตร

2. การเผาผนึกด้วยกระบวนการหลอม

โดยเริ่มต้นกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มอุณหภูมิขึ้นด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนอุณหภูมิเตาถึง 1,136 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่จะเกิดการหลอมขึ้น แล้วคงที่ไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเนื่องจากสาร Nd123 ที่ได้จากกระบวนการหลอมมีอุณหภูมิเพอริเทคติก 1,086 องศาเซลเซียส จึงกำหนดอุณหภูมิในการหลอมให้สูงกว่าประมาณ 50 องศาเซลเซียสและข้อมูลที่ได้จาก DTA/TG [4] จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 80 องศาเซลเซียสต่อนาที จนอุณหภูมิลดลงเหลือ 1,096 องศาเซลเซียส แล้วคงที่ไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 0.1 องศาเซลเซียสต่อนาที

จนอุณหภูมิลดลงเหลือ 950 องศาเซลเซียส แล้วคงที่ไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นลดอุณหภูมิลงด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที จนถึงอุณหภูมิลดลงถึง 100 องศาเซลเซียส อีกครั้งก็เป็นอันเสร็จสิ้นกระบวนการเผาครั้งที่ 3 ซึ่งมีกระบวนการเผาดังรูปที่ 2



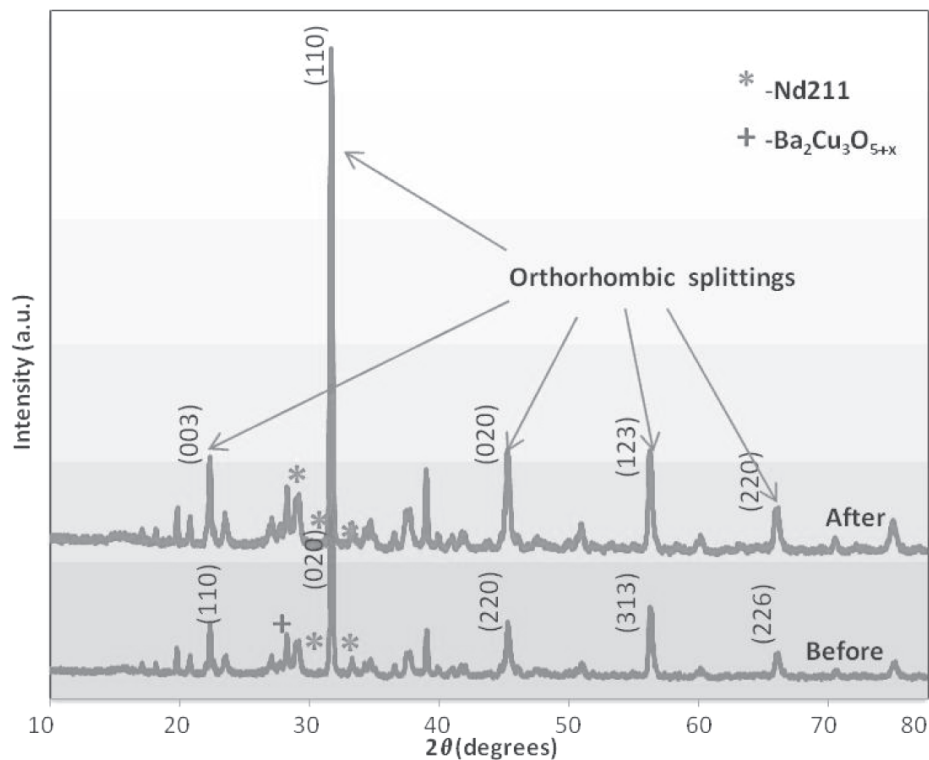
รูปที่ 2 แสดงกระบวนการเผาดังรูปที่ 3

คณะผู้วิจัยได้ทำการศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของสาร Nd123 ที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นผงสีดำจากกระบวนการเผาแคลไซน์และเป็นแผ่นกลมสีดำจากการเผาผนึกด้วยกระบวนการหลอมแล้วนำมาบดเป็นผง หลังจากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD) รุ่น X8APEX ยี่ห้อ Bruker ศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์พลังงานกระจาย (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer, EDS) รุ่น JSM 5800LV ยี่ห้อ JEOL และศึกษาการเปลี่ยนแปลงของสารที่ย่านอุณหภูมิสูงของสารตัวอย่างของการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Simultaneous Thermal Analyzer, STA รุ่น 409 ยี่ห้อ Netzsch โดยเครื่องมือทั้งหมดเป็นของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สามารถศึกษาอุปกรณ์และเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้จาก <http://www.stec.chula.ac.th/> ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์ตามหัวข้อดังต่อไปนี้

ผลการทดลอง

การศึกษาโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่าง

ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยใช้โปรแกรมฐานข้อมูลของ DIFFRAC^{plus} Evaluation รุ่น D8 Advance ยี่ห้อ Bucker ของภาคิวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ซึ่งจะได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มกับมุมการวัดของสารตัวอย่างก่อนและหลังกระบวนการหลอม ดังรูปที่ 3 พบว่าสารตัวอย่างทั้งก่อนและหลังกระบวนการหลอมมีโครงสร้างผลึกเป็นเตตระโกนอล (tetragonal) และออร์โธโรมบิก (orthorhombic) จากฐานข้อมูล JCPDS file No. 45-152, 46-571 ตามลำดับ



รูปที่ 3 แสดงผล XRD เปรียบเทียบของสารตัวอย่างก่อนและหลังการเผาด้วยกระบวนการหลอม

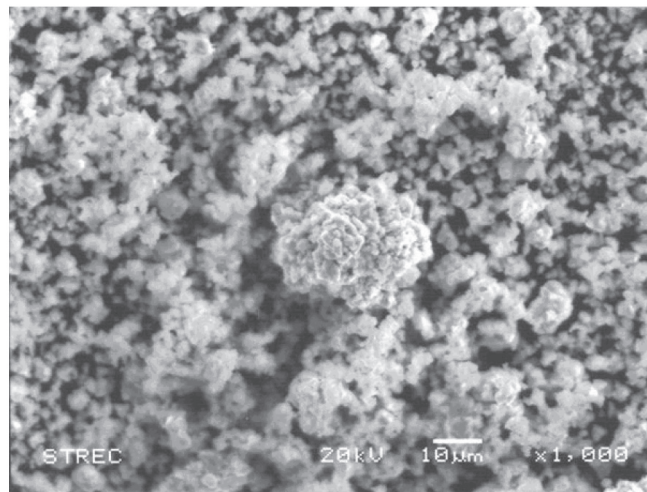
ซึ่งจากผลแสดงการเปรียบเทียบทำให้ทราบว่าสารตัวอย่างจากการเผาขึ้นที่ด้วยกระบวนการหลอม (after) ทำให้เกิดการแยกพีคออร์โธโรมบิก (orthorhombic splitting) ในโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก ซึ่งเดิมสารตัวอย่างจากกระบวนการเผาแคลไซน์ (before) จะมีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลจากกราฟที่ได้ เมื่อวิเคราะห์ผลด้วยการเทียบจากฐานข้อมูลทำให้ทราบค่าต่างๆ สามารถสรุปออกมาได้ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงโครงสร้างผลึกเฟสที่พบและค่าคงตัวผลึกของสารก่อนและหลังการเผาด้วยกระบวนการหลอม

สารตัวอย่าง	โครงสร้าง	เฟสที่พบ	ค่าคงตัวผลึก (อังสตรอม)
before	เตตระโกนอล	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$	a = 5.521 b = 5.521 c = 11.713
after	ออร์โธโรมบิก	$\text{NdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6+x}$	a = 3.8781 b = 3.9226 c = 11.7743

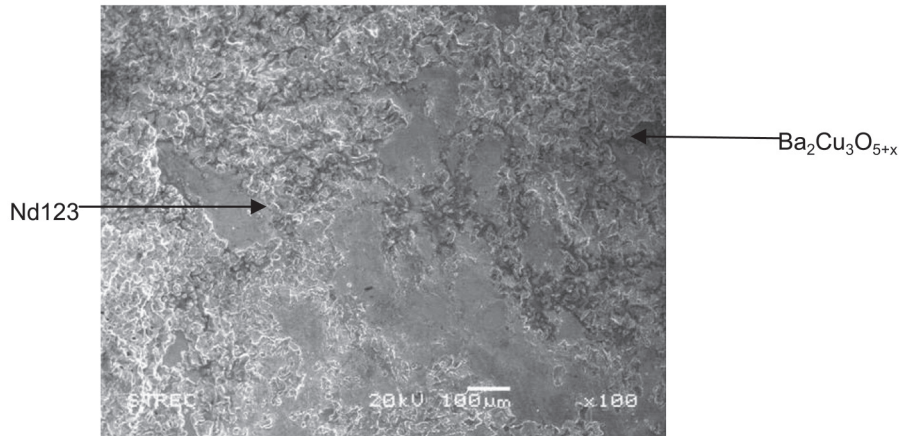
การศึกษาพื้นผิวของสารตัวอย่าง

การวิเคราะห์พื้นผิวของสารตัวอย่างที่ได้จากการถ่ายภาพด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาเพื่อให้เห็นถึงพื้นผิวของสารตัวอย่าง ซึ่งสามารถใช้ดูขนาดของอนุภาค รูปร่างและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตัวอย่าง ภาพที่ได้จากการถ่ายด้วยกำลังขยาย 100 และ 1,000 เท่า มีรายละเอียดดังนี้



รูปที่ 4 แสดงภาพถ่ายพื้นผิวของสารตัวอย่าง Nd123 ที่เป็นผงก่อนกระบวนการหลอม ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

จากรูปที่ 4 พบว่าสาร Nd123 ที่ได้จากกระบวนการเผาแคลไซน์ มีลักษณะพื้นผิวที่ไม่เรียบ และพบว่าสารไม่เป็นเนื้อเดียวกัน โดยมีขนาดอนุภาคประมาณ 1 ไมโครเมตร

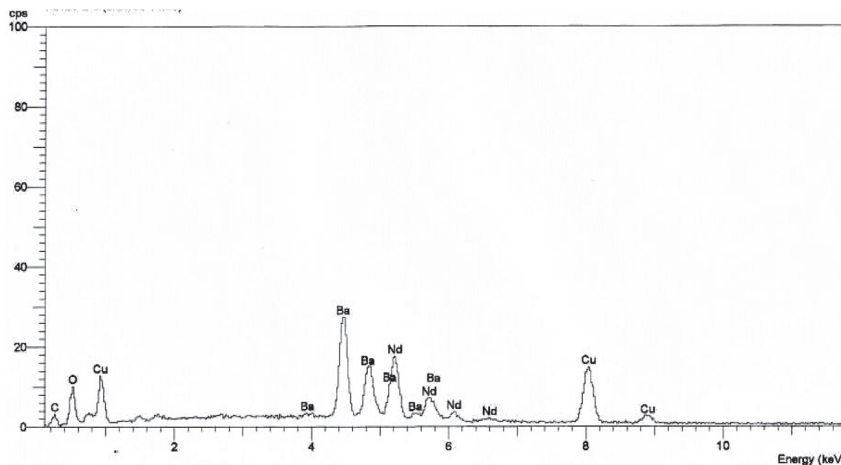


รูปที่ 5 แสดงภาพถ่ายพื้นผิวของสารตัวอย่าง Nd123 ที่เป็นผงหลังกระบวนการหลอม ที่กำลังขยาย 100 เท่า

จากรูปที่ 5 พบว่าสาร Nd123 ที่ได้จากการเผาผนึกด้วยกระบวนการหลอม มีลักษณะพื้นผิวมีการแบ่งออกเป็น 2 บริเวณ คือ Nd123 และ $Ba_2Cu_3O_{5+x}$ โดยบริเวณ Nd123 มีลักษณะพื้นผิวที่เรียบกว่าบริเวณที่มี $Ba_2Cu_3O_{5+x}$ ทำให้ทราบว่าหลังจากผ่านกระบวนการหลอมสารมีการแข็งตัวที่ยังไม่เป็นเนื้อเดียวกันเท่าที่ควร

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างทั้งก่อนและหลังกระบวนการหลอมทำได้ด้วยการวัดด้วยเครื่องสเปกโทรมิเตอร์พลังงานกระจาย โดยจะแสดงปริมาณของธาตุออกมาในรูปของเปอร์เซ็นต์ที่มีอยู่ในสาร Nd123 โดยมีปริมาณของ ธาตุนีโอโดเมียม (Nd) แบเรียม (Ba) คอปเปอร์ (Cu) และออกซิเจน (O) ในปริมาณที่แตกต่างกัน และสามารถแสดงออกมดังรูปที่ 6

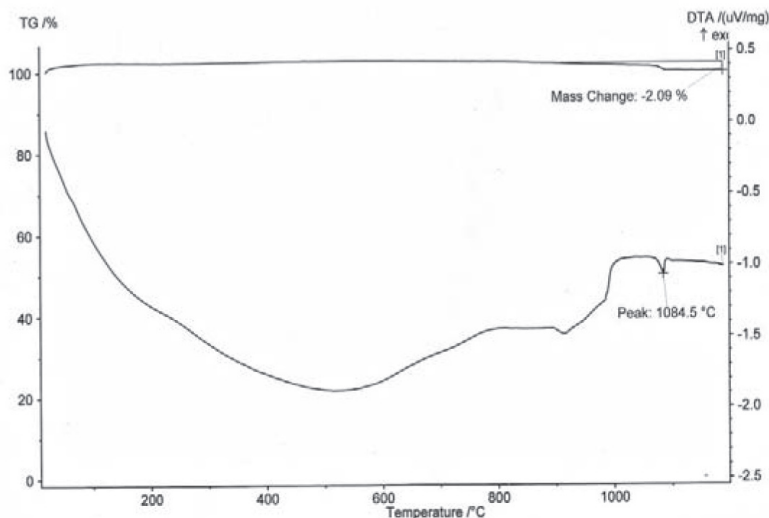


รูปที่ 6 แสดงปริมาณธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง Nd123

ซึ่งผลที่ได้จากการวิเคราะห์เมื่อคำนวณโดยใช้เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักอะตอมเทียบบัญญัติโดยตรง โดยให้อะตอมของคอปเปอร์เป็นเลขจำนวนเต็ม แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยจากทุกสารตัวอย่าง จะได้สูตรเคมีของสารตัวอย่างเป็น $\text{Nd}_{1.05}\text{Ba}_{2.085}\text{Cu}_{3.00}\text{O}_{4.095}$ และมีความสอดคล้องกับผลที่ได้จาก XRD ถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 1 ในส่วนของธาตุโอโดเมียม แบเรียม คอปเปอร์ แต่ในส่วนของธาตุออกซิเจนมีความแตกต่างกันค่อนข้างมาก

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของสารตัวอย่างที่ยานอุณหภูมิสูง

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสสารตัวอย่างทำโดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA โดยวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ได้จากการเผาผนึกด้วยกระบวนการหลอมมาบดให้เป็นผงแล้วทำการวัดในบรรยากาศปกติ ในช่วงอุณหภูมิการวัดคือ 100 องศาเซลเซียส ถึง 1,200 องศาเซลเซียส สามารถวัดได้ทั้งเทคนิค TGA และ DTA การทำงานของเครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักพร้อมกับวัดการดูดหรือคายความร้อนของสาร เมื่อให้ความร้อนแก่สารโดยใช้เครื่องชั่งน้ำหนัก และใช้เทอร์โมคัพเบิลวัดอุณหภูมิของสารเทียบกับอุณหภูมิของสารอ้างอิง ซึ่งผลการวิเคราะห์ที่ได้แสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เสียไปกับอุณหภูมิ ดังรูปที่ 7



รูปที่ 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่เสียไปกับอุณหภูมิ

จากการวิเคราะห์กราฟ DTA มีการสูญเสียมวลที่บริเวณ 1,084.5 องศาเซลเซียส และกราฟ TGA ที่ตำแหน่ง 1,084.5 องศาเซลเซียส มีการดูดกลืนพลังงานแสดงว่าสารตัวอย่างที่ได้มีการเปลี่ยนสถานะที่ตำแหน่งนี้ ดังนั้นสารมีการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิ 1,084.5 องศาเซลเซียส ซึ่งก็คืออุณหภูมิเพอริเทคติกของสารตัวอย่าง

สรุปและอภิปรายผลการทดลอง

คณะผู้วิจัยสามารถเตรียมสาร Nd123 ด้วยกระบวนการหลอม พบว่าสาร Nd123 ที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิก โดย $a = 3.8781$ อังสตรอม $b = 3.9226$ อังสตรอม $c = 11.7743$ อังสตรอม และมีสูตรเคมีเป็น $NdBa_2Cu_3O_{6+x}$ โดยสาร Nd123 มีลักษณะพื้นผิวที่มีการแบ่งออกเป็น 2 บริเวณ คือ บริเวณที่มี Nd123 และบริเวณที่มี $Ba_2Cu_3O_{5+x}$ โดยบริเวณ Nd123 มีลักษณะพื้นผิวที่เรียกว่าบริเวณที่มี $Ba_2Cu_3O_{5+x}$ ทำให้ทราบว่าหลังจากผ่านกระบวนการหลอมสารมีการแข็งตัวที่ยังไม่เป็นเนื้อเดียวกันเท่าที่ควร โดยมีการเปลี่ยนแปลงเฟสที่อุณหภูมิเพอริเทคติก 1084 องศาเซลเซียส

หลังจากที่ได้ทำการวิจัย ทำให้ทราบถึงข้อบกพร่องที่เกิดขึ้นในงานวิจัยนี้ว่าในการกำหนดอัตราการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของอุณหภูมิซึ่งเป็นกระบวนการที่สำคัญที่ทำให้การสังเคราะห์สาร Nd123 ที่ได้มีสมบัติดีขึ้น ซึ่งจะเป็ประโยชน์ต่อผู้ที่มีความสนใจที่จะศึกษาและการเตรียม Nd123 ด้วยกระบวนการหลอมต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ให้เงินสนับสนุนการวิจัยในครั้งนี้

เอกสารอ้างอิง

1. จิตพิงศ์ เครือหงส์ พงษ์แก้ว อุดมสมุทรหิรัญ สมศักดิ์ มณีรัตนกุล ธัญนพ นิลกำจร เสริมสุข รัตเร่ง กุสุมา เนียมหุ่น มนภัทร ศิริวิวัฒน์ และ อุษณีย์ อัยรา. 2550. การเตรียมและการศึกษาคุณลักษณะของตัวนำยวดยิ่งกลุ่ม Y-Ba-CuO. *วารสารวิทยาศาสตร์ มศว* 23(2): 15-27.
2. ธัญนพ นิลกำจร จิตพิงศ์ เครือหงส์ และ พงษ์แก้ว อุดมสมุทรหิรัญ. 2009. Synthesis of Mixed $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ with Y_2BaCuO_5 by Melt Processing Commemorative. International Conference of the Occasion of the 4th Cycle Anniversary of KMUTT Sustainable Development to Save the Earth: Technologies and Strategies. 2050. Bangkok. Thailand. p. 8-10.
3. Todt, V. R. Sengupta, S., and Miller, D. J. 1995. Processing of Single-and Multi-Domain $YBa_2Cu_3O_x$ Bulk Materials for Levitation Applications by $Nd_{1+x}Ba_{2-x}Cu_3O_y$ Seeding. *Applied Superconductivity* 3: 75-185.
4. Grader, G. S., Yossefov, P., Reisner, G. M., and Shter, G. M. 1997. Synthesis of Nd123 Superconducting Powder Via Oxalate Coprecipitation. *Physica C* 290: 70-88.
5. Wu, H., and Wang, S. S. 1999. Flux Pinning Mechanism for Nd-Ba-Cu-O Superconductor. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 9: 2211-2214.

ได้รับบทความวันที่ 18 กันยายน 2552

ยอมรับตีพิมพ์วันที่ 25 ธันวาคม 2552

